

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/IT05/000409

International filing date: 18 July 2005 (18.07.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: IT
Number: MI2004A 001523
Filing date: 27 July 2004 (27.07.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 23 September 2005 (23.09.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



Ministero delle Attività Produttive

Direzione Generale per lo Sviluppo Produttivo e la Competitività

Ufficio Italiano Brevetti e Marchi

Ufficio G2



**Autenticazione di copia di documenti relativi alla domanda di brevetto
INVENZIONE INDUSTRIALE N. MI 2004 A 001523**

Si dichiara che l'unità copia è conforme ai documenti originali
depositati con la domanda di brevetto sopra specificata, i cui dati
risultano dall'accluso processo verbale di deposito.

Inoltre disegni definitivi (pagg. 4) depositati alla CCIAA di Milano in data 24.09.2004
Prot. MIR001906.

Roma, li.

12 AGO. 2005.

IL FUNZIONARIO

Sig.ra E. MARINELLI

MODULO A (1/2)

AL MINISTERO DELLE ATTIVITA' PRODUTTIVE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI (U.I.B.M.)

MI 2004 A 0 0 152

DOMANDA DI BREVETTO PER INVENZIONE INDUSTRIALE N°

A. RICHIEDENTE/I

COGNOME E NOME O DENOMINAZIONE	A1	Saes Getters S.p.A.		
NATURA GIURIDICA (PF / PG)	A2	PG	COD. FISCALE PARTITA IVA	A3 00774910152
INDIRIZZO COMPLETO	A4	Lainate MI		
C. TITOLO	C1	SPETTROMETRO DI MOBILITÀ IONICA COMPRENDENTE UN ELEMENTO IONIZZANTE A SCARICA A CORONA		

D. INVENTORE/I DESIGNATO/I (DA INDICARE ANCHE SE L'INVENTORE COINCIDE CON IL RICHIEDENTE)

COGNOME E NOME	D1	GIANNANTONIO Roberto
NAZIONALITÀ	D2	italiana
COGNOME E NOME	D1	MAURI Luca
NAZIONALITÀ	D2	italiana
COGNOME E NOME	D1	URBANO Marco
NAZIONALITÀ	D2	italiana
COGNOME E NOME	D1	BONUCCI Antonio
NAZIONALITÀ	D2	italiana

E. CLASSE PROPOSTA	SEZIONE	CLASSE	SOTTOCLASSE	GRUPPO	SOTTOGRUPPO
	E1	E2	E3	E4	E5

G. CENTRO ABILITATO DI RACCOLTA COLTURE DI MICROORGANISMI	G1
---	----

I. MANDATARIO DEL RICHIEDENTE PRESSO L'UIBM

LA/E SOTTOINDICATA/E PERSONA/E HA/HANNO ASSUNTO IL MANDATO A RAPPRESENTARE IL TITOLARE DELLA PRESENTE DOMANDA INNANZI ALL'UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI CON L'INCARICO DI EFFETTUARE TUTTI GLI ATTI AD ESSA CONNESSI (DPR 20.10.1998 N. 403).

NUMERO ISCRIZIONE ALBO COGNOME E NOME;	I1
DENOMINAZIONE STUDIO	I2 SOCIETÀ ITALIANA BREVETTI
INDIRIZZO	I3 Via Giosuè Carducci, 8
CAP / LOCALITÀ / PROVINCIA	I4 20123 Milano Tel.: +39 02 806331, fax: +39 02 80633200, e-mail: milano@sib.it
L. ANNOTAZIONI SPECIALI	L1 Riferimento a Procura Generale depositata 04/05/2004, n. MIV001478
FIRMA DEL/DEI RICHIEDENTE/I	Silvano Adorno (Iscr. Albo n. 178 BM) SOCIETÀ ITALIANA BREVETTI

MODULO A (2/2)

M. DOCUMENTAZIONE ALLEGATA O CON RISERVA DI PRESENTAZIONE

Tipo Documento	N. Es. All.	N. Es. Ris.	N. Pag. per Esemplare
PROSPETTO A, DESCRIZ., RIVENDICAZ. (OBBLIGATORIO 1 ESEMPLARE)	1	0	16
DISEGNI (OBBLIGATORI SE CITATI IN DESCRIZIONE, 1 ESEMPLARE)	1	1	4
DESIGNAZIONE D'INVENTORE	0	0	
(SI/NO)			
LETTERA D'INCARICO	NO		
PROCURA GENERALE	NO		
RIFERIMENTO A PROCURA GENERALE	NO		

IMPORTO VERSATO ESPRESSO IN LETTERE

ATTESTATI DI VERSAMENTO
DEL PRESENTE ATTO SI CHIEDE COPIA
AUTENTICA? (SI / NO)
SI CONCEDE ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ
AL PUBBLICO (SI / NO)

Euro
SI
NO

CENTOOTTANTOTTO/51.=

DATA DI COMPILAZIONE

27.07.2004

FIRMA DEL/DEI RICHIEDENTE/I

Silvano Adorno
(Iscr. Albo n. 178 BM)
SOCIETÀ ITALIANA BREVETTI

VERBALE DI DEPOSITO

NUMERO DI DOMANDA

MI 2004 A 001523

C.C.I.A.A. DI

Milano

IN DATA

27 LUG. 2004

COD.

58

LA PRESENTE DOMANDA, CORREDATA DI N.

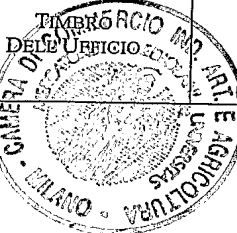
0

, IL/I RICHIEDENTE/I SOPRAINDICATO/I HA/HANNO PRESENTATO A ME SOTTOSCRITTO
FOGLI AGGIUNTIVI, PER LA CONCESSIONE DEL BREVETTO SOPRA RIPORTATO

N. ANNOTAZIONI VARIE
DELL'UFFICIALE ROGANTE

IL DEPOSITANTE

Manlio Keno



L'UFFICIALE ROGANTE

CORTONESI MAURIZIO

PROSPETTO MODULO A
DOMANDA DI BREVETTO PER INVENZIONE INDUSTRIALE

NUMERO DI DOMANDA:

MI 2004 A 00152

DATA DI DEPOSITO:

27 LUG. 2004

A. RICHIEDENTE/I COGNOME E NOME O DENOMINAZIONE, RESIDENZA O STATO;
- **Saes Getters S.p.A., Lainate MI**

C. TITOLO

SPETTROMETRO DI MOBILITÀ IONICA COMPRENDENTE UN ELEMENTO IONIZZANTE A SCARICA A CORONA

E. CLASSE PROPOSTA

SEZIONE

CLASSE

SOTTOCLASSE

GRUPPO

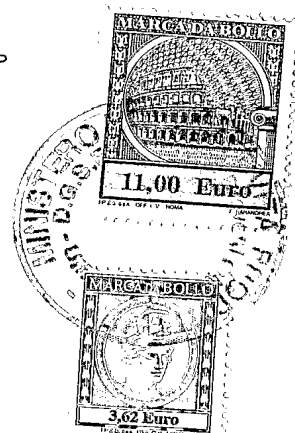
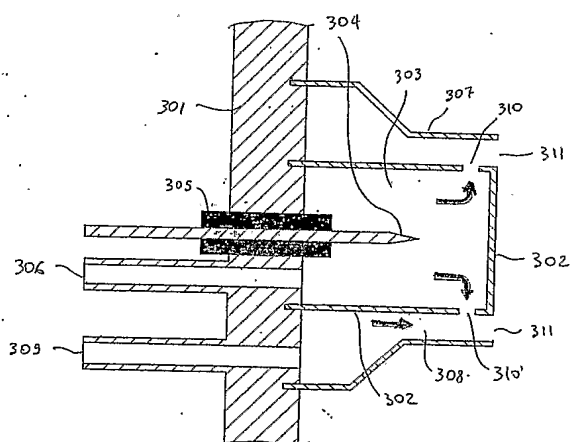
SOTTOGRUPPO

O. RIASSUNTO

Viene descritto uno spettrometro di mobilità ionica in cui l'elemento ionizzante è una sorgente a scarica a corona (300) costituita da: una prima camera (308) dotata di un ingresso (309) per un gas da sottoporre ad analisi e di almeno una prima apertura (311) di comunicazione tra lo spazio interno della prima camera e la zona di reazione dello spettrometro; una seconda camera (303), contenuta nella prima camera, dotata di un ingresso (306) per un gas ultrapuro o una miscela di gas ultrapuri, e di almeno una seconda apertura (310, 310') di comunicazione tra la prima e la seconda camera; una coppia di elettrodi (304, 302'), di cui almeno uno aghiforme (304), disposta nella seconda camera, con la coppia di elettrodi e la seconda apertura disposte in relazione geometrica tale che non esista un cammino ottico tra la zona della scarica a corona e il rivelatore di ioni dello strumento IMS. Lo strumento dell'invenzione permette di replicare i risultati di uno spettrometro equipaggiato con una sorgente ionizzante a ^{63}Ni , evitando però i problemi connessi al trasporto e all'impiego di materiale radioattivo.

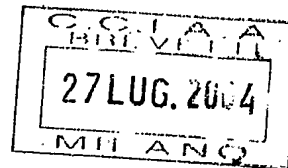
P. DISEGNO PRINCIPALE

Fig. 3



FIRMA DEL/DEI
RICHIEDENTE/I

Silvano Adorno
(Iscr. Albo n. 178 BM)
SOCIETÀ ITALIANA BREVETTI



MI 2004 A 001523

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:

"SPETTROMETRO DI MOBILITÀ IONICA COMPRENDENTE UN
ELEMENTO IONIZZANTE A SCARICA A CORONA"

a nome della ditta italiana SAES GETTERS S.p.A., con sede a Lainate

5

La presente invenzione si riferisce ad uno spettrometro di mobilità ionica comprendente un elemento ionizzante a scarica a corona.

La spettroscopia di mobilità ionica è meglio nota nel settore con il nome inglese "Ionization Mobility Spectrometry" o con la sigla IMS (la stessa sigla viene
10 usata anche per lo strumento con cui la tecnica viene attuata, indicando in questo caso "Ionization Mobility Spectrometer"). Il campione oggetto di un'analisi IMS è normalmente un gas di trasporto comprendente i gas o vapori da analizzare: operando in condizioni appropriate si possono rilevare quantità di un gas o vapore nel gas di trasporto dell'ordine dei picogrammi (pg, cioè 10^{-12} grammi), o
15 concentrazioni dell'ordine delle parti per trilione (ppt, equivalenti ad una molecola di sostanza in analisi per 10^{12} molecole di gas del campione). La tecnica IMS è diffusa soprattutto per l'analisi qualitativa di specie come esplosivi o droghe, e viene impiegata per la rilevazione rapida di queste sostanze per esempio negli aeroporti. La tecnica risulta particolarmente adatta a questi impieghi per la sua
20 elevatissima sensibilità, rapidità nell'ottenimento dei risultati, e dimensioni e costi dello strumento contenuti. Strumenti IMS e metodi di analisi in cui questi sono impiegati sono descritti, per esempio, nei brevetti USA 5.420.424, 5.457.316, 5.955.886 e 6.229.143 B1.

La figura 1 mostra in una vista in sezione gli elementi principali che
25 compongono uno strumento IMS. Lo strumento è formato da una camera C,

generalmente cilindrica, divisa in una zona di reazione, RZ, e una zona di separazione, DZ. La camera C presenta ad un'estremità un ingresso IS per il gas da analizzare e all'estremità opposta un rilevatore di particelle cariche D (quest'ultimo è collegato all'elettronica dello strumento, non mostrata, per l'accumulazione dei dati che formeranno lo spettro IMS). La camera C è dotata di due ulteriori aperture, DI e OC, rispettivamente per l'ingresso di un gas, noto nel settore come gas di "drift", e l'uscita dalla camera della miscela formata dal gas di drift e dal campione: il gas di drift costituisce il mezzo gassoso in cui gli ioni si muovono e che consente la separazione degli stessi. Nella figura è mostrata la configurazione corrispondente alla modalità operativa più comune, in cui la direzione di moto del gas di drift è contraria a quella degli ioni, ma le aperture DI e OC potrebbero essere invertite nel caso in cui il flusso del gas di drift fosse diretto nella stessa direzione di moto degli ioni. L'ingresso del campione nella camera C avviene attraverso l'elemento ionizzatore rappresentato in forma estremamente schematica come elemento IM.

Le specie ioniche formate dall'elemento IM vengono trasportate dal flusso gassoso ed eventualmente da opportuni campi elettrici nella zona di reazione, RZ, in cui vengono formate le specie ioniche corrispondenti alle molecole presenti nel gas in analisi. A causa della concentrazione delle molecole del gas di trasporto, di vari ordini di grandezza maggiore di quella delle altre specie presenti, la ionizzazione avviene principalmente a carico delle prime con la formazione dei cosiddetti "ioni reagenti", la cui carica viene poi distribuita sulle altre specie presenti in funzione delle loro affinità elettroniche o protoniche o dei loro potenziali di ionizzazione. Per una illustrazione dei principi (alquanto complessi) di trasferimento di carica che stanno alla base della tecnica di spettrometria di

mobilità ionica si può fare riferimento al libro "Ion Mobility Spectrometry", di G. A. Eiceman e Z. Karpas, pubblicato nel 1994 da CRC Press.

La zona di reazione RZ è separata dalla zona di separazione DZ tramite una griglia G, che quando elettrificata impedisce agli ioni presenti nella zona RZ di accedere alla zona DZ; viceversa, quando la griglia viene momentaneamente disattivata (per tempi dell'ordine delle centinaia di microsecondi), una parte degli ioni presenti nella zona RZ può passare nella zona di separazione DZ (nota anche come zona di "drift"). Nella zona DZ gli ioni formati in precedenza vengono accelerati verso il rivelatore da un opportuno campo elettrico, e contemporaneamente frenati dalla presenza del gas di drift; in seguito alla concomitanza di questi due effetti contrapposti, i diversi ioni vengono separati in funzione dei loro valori di carica, massa e dimensioni e in seguito a questa separazione arrivano sul rivelatore a tempi diversi, detti "tempi di volo" dando luogo a picchi di carica; interpretando lo spettro costituito dall'insieme di questi picchi in funzione del tempo, tramite opportune prove di calibrazione, è possibile risalire alla presenza di alcune specie cercate nel campione in esame.

Il trasporto degli ioni dall'estremità dove è presente l'ingresso IS verso il rivelatore D è dovuto alla presenza di un campo elettrico generato dagli elettrodi E_1, E_2, \dots, E_n .

Comunemente, la ionizzazione del campione avviene per mezzo di radiazioni beta emesse dell'isotopo radioattivo del nichel ^{63}Ni . La presenza di questo elemento pone però problemi di sicurezza, in quanto una sorgente radioattiva ovviamente non può mai essere "spenta" ed emette sempre radiazioni ionizzanti e quindi potenzialmente pericolose. A causa di questa caratteristica, lo stoccaggio e il trasporto di strumenti IMS con sorgente a base di ^{63}Ni sono



regolamentati da normative internazionali molto restrittive, che ne rendono difficoltosi e onerosi il trasporto e l'impiego.

Una delle soluzioni proposte per aggirare il problema è la sostituzione della sorgente radioattiva con una sorgente a scarica a corona. Questa sorgente ionizzante è costituita da due elettrodi, di cui uno generalmente aghiforme, tra i quali è interposto un mezzo gassoso: applicando una opportuna differenza di potenziale ai due elettrodi, si genera tra i due un elevato campo elettrico in grado di estrarre elettroni da uno dei due elettrodi ed accelerarli verso l'altro; questi elettroni, altamente energetici, ionizzano le molecole di gas presenti lungo la loro traiettoria.

Sorgenti ionizzanti basate su scarica a corona per l'uso in strumenti analitici, anche del tipo IMS, sono descritte per esempio nei brevetti USA 5.420.424, 5.684.300, 6.100.698 e 6.225.623 B1. Negli strumenti descritti in questi brevetti la scarica viene generata direttamente nel campione, formato da una miscela di gas di trasporto e tracce di gas o vapori di cui si deve determinare la presenza; questi strumenti risultano adatti alle analisi IMS tradizionali, in cui come detto in precedenza scopo dell'analisi è la determinazione qualitativa della presenza di specie come esplosivi o droghe.

Recentemente, però, è aumentato l'interesse per l'uso della tecnica anche in analisi quantitative, e in particolare nell'analisi di gas ultrapuri da impiegare nell'industria microelettronica. Esempi di questa applicazione sono riportati nel brevetto US 6.740.873 B2 e nelle domande pubblicate di brevetto internazionale WO 02/052255, WO 02/054058, WO 02/090959, WO 02/090960, WO 02/099405, WO 2004/010131 e WO 2004/027410, tutti a nome della Richiedente, che descrivono l'uso di strumenti tradizionali, equipaggiati con una sorgente di

ionizzazione a ^{63}Ni . Come descritto in queste pubblicazioni, l'analisi IMS quantitativa è molto complessa, in particolare quando si debba determinare la concentrazione di più impurezze simultaneamente presenti nel campione, e richiede la conoscenza e il controllo "fini" di tutti i parametri in gioco.

5 Un parametro il cui controllo è di fondamentale importanza in questo tipo di analisi è la quantità di ioni primari formati dalla scarica elettrica, equivalente alla corrente ionica formata direttamente tra i due elettrodi della sorgente. La corrente ionica dipende, oltre che da parametri geometrici della sorgente, dalla composizione del gas presente tra gli elettrodi. Poiché come detto negli strumenti
10 noti la scarica viene fatta avvenire direttamente nel gas campione, e siccome in un'analisi reale la composizione del gas può fluttuare nel tempo, non è possibile con gli strumenti noti garantire la costanza della corrente ionica e quindi della quantità di carica totale corrispondente agli ioni primari; di conseguenza non è possibile impostare i calcoli, alla base dell'analisi quantitativa, su come questa
15 carica si ripartisce sulle impurezze. Ne risulta che gli strumenti IMS equipaggiati con sorgente a scarica a corona della tecnica nota non sono adatti all'analisi quantitativa, in particolare del tipo multicomponente.

 Scopo della presente invenzione è quello di superare i problemi della tecnica nota, e in particolare di fornire una sorgente ionizzante a scarica a corona adatta
20 per l'impiego in analisi quantitative IMS di tutte le impurezze presenti contemporaneamente in un campione gassoso.

 Questo ed altri scopi vengono ottenuti secondo la presente invenzione con uno spettrometro di mobilità ionica caratterizzato dal fatto di comprendere, come elemento ionizzante, una sorgente a scarica a corona costituita da:

25 - una prima camera dotata di un ingresso per un gas da sottoporre ad

analisi e di almeno una prima apertura di comunicazione tra lo spazio interno definito da detta prima camera e la zona di reazione di uno spettrometro IMS;

- una seconda camera, contenuta in detta prima camera, dotata di un ingresso per un gas ultrapuro o una miscela di gas ultrapuri, e di almeno una seconda apertura di comunicazione tra dette prima e seconda camera;
- una coppia di elettrodi, di cui almeno uno aghiforme, disposta in detta seconda camera;

dette coppia di elettrodi e seconda apertura essendo disposti in relazione geometrica tale che non esista un cammino ottico tra la zona della scarica a corona e il rivelatore di ioni dello strumento IMS.

Gli inventori hanno trovato che gli inconvenienti sopra descritti derivanti dall'uso di una sorgente a scarica a corona nell'analisi quantitativa IMS (mono- o multicomponente) possono essere superati se la scarica viene fatta avvenire, invece che nel campione stesso come precedentemente noto, in un gas ultrapuro che può essere lo stesso o diverso dal gas di trasporto del campione. Operando in questo modo, l'intensità della corrente ionica (e quindi la quantità di ioni primari) generata nella sorgente dipende solo dalla geometria della coppia di elettrodi, e dai valori di pressione del gas, temperatura e differenza di potenziale applicata tra gli elettrodi; la geometria degli elettrodi è fissa e quindi costante, e mantenendo costanti gli altri tre parametri citati è possibile assicurare la costanza della corrente ionica primaria, che come detto è il presupposto fondamentale per poter realizzare un'analisi quantitativa con lo strumento IMS. Nel seguito della descrizione il gas ultrapuro in cui viene fatta avvenire la scarica verrà anche definito gas ausiliario; il gas ausiliario potrebbe anche essere costituito da una miscela di gas ultrapuri che

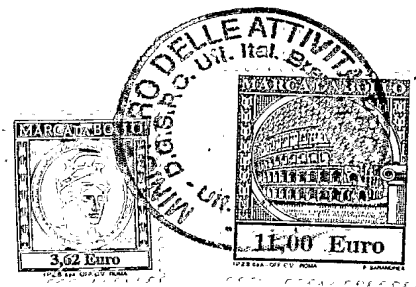
non interferiscano con l'analisi.

L'invenzione verrà descritta in dettaglio nel seguito con riferimento ai disegni annessi, in cui:

- 5 - la Fig. 1 rappresenta in modo schematico uno strumento IMS in una vista in sezione;
- la Fig. 2 rappresenta in una vista in sezione una possibile sorgente di ionizzazione a scarica a corona dell'invenzione in una forma di realizzazione generale;
- la Fig. 3 mostra in una vista in sezione una forma di realizzazione preferita di sorgente di ionizzazione a scarica a corona dell'invenzione;
- 10 - la Fig. 4 mostra due spettri IMS ottenuti su due campioni della stessa miscela gassosa, operando rispettivamente con un elemento ionizzante dell'invenzione e con uno della tecnica nota.

La figura 1 è stata già descritta in precedenza. Oggetto dell'invenzione è la
15 sostituzione del ^{63}Ni nell'elemento ionizzatore IM della figura 1.

La figura 2 rappresenta la sorgente a scarica a corona dell'invenzione nella sua forma più generale. La sorgente 200 è formata da: una prima camera, 201, definita da una prima parete 202 che presenta una prima apertura 203 per consentire il passaggio degli ioni prodotti nella sorgente alla camera di misura
20 dello strumento IMS; una seconda camera, 204, definita da una seconda parete 205 che presenta almeno una seconda apertura 206 per il passaggio degli ioni prodotti nella seconda camera verso la prima camera; un primo elettrodo aghiforme 207 ed un secondo elettrodo 208 (di geometria qualunque) disposti nella seconda camera; un ingresso 209 per l'introduzione del gas ausiliario nella seconda camera; e un
25 ingresso 210 per l'introduzione del campione nella prima camera. Con questa



configurazione, e operando con opportuni rapporti di flussi e/o pressioni tra il gas ausiliario e il campione o con opportuni rapporti tra le dimensioni delle aperture 203 e 206, è possibile fare in modo che il campione non diffonda nella camera 204, in modo che in questa sia sempre presente solo il gas ausiliario ultrapuro, e
5 garantire così la costanza della corrente costituita dagli ioni primari. Gli ioni primari così formati (insieme a radicali e specie metastabili) vengono trasportati dal moto del gas ausiliario attraverso l'apertura 206 nella zona 211 della prima camera 201, dove avviene il completo mescolamento con il campione; in seguito a questo mescolamento, gli ioni primari trasferiscono la loro carica alle specie
10 presenti nel campione. La miscela tra campione, gas ausiliario e specie ioniche passa poi attraverso l'apertura 203 nella zona di reazione RZ dello strumento IMS, dove proseguono le reazioni di trasferimento di carica, con la formazione delle specie ioniche corrispondenti alle impurezze da determinare.

La formazione di ioni in un gas ausiliario tramite scarica a corona era già
15 nota dal brevetto US 5.485.016; questo documento però riguarda uno spettrometro di massa con ionizzazione a pressione atmosferica, e questo comporta differenze significative, sia costruttive che funzionali, rispetto alla presente invenzione. Nello strumento secondo il brevetto citato la ionizzazione avviene in una sezione mantenuta a pressione atmosferica, mentre la sezione di separazione degli ioni è in
20 alto vuoto. Per mantenere questa condizione è necessario limitare quanto più possibile il passaggio delle specie neutre dalla sezione di ionizzazione a quella di separazione, e questo risultato è ottenuto con un orifizio quanto più possibile piccolo tra le due sezioni, e con l'uso di una geometria delle lenti elettrostatiche che massimizzi l'estrazione degli ioni verso la zona di separazione; questa
25 geometria risulta essere tale che, necessariamente, l'elettrodo aghiforme, l'apertura

per il passaggio degli ioni dalla camera della scarica ad una zona di mescolamento col campione, e l'apertura per il passaggio degli ioni da detta zona di mescolamento alla zona di separazione dello strumento sono allineati lungo l'asse dello strumento. Questa configurazione non potrebbe essere adottata in uno spettrometro IMS, perché nella scarica a corona si producono anche fotoni: con una geometria assiale della sorgente a scarica a corona, i fotoni entrerebbero nella zona di separazione dello strumento IMS, generando ioni in detta zona non derivanti dall'equilibrio che si instaura nella zona di reazione; inoltre, i fotoni andrebbero a colpire il rivelatore generando per effetto fotoelettrico una corrente "spuria" letta dallo strumento come corrente ionica, diminuendo il rapporto segnale/rumore della misura; il risultato di questi due effetti sarebbe quello di falsare la misura.

Il brevetto US 5.218.203 descrive un elemento ionizzatore che può trovare impiego in vari strumenti analitici, tra cui un IMS. L'ingresso del gas ausiliario e del campione in questo caso avvengono in due tubi concentrici, con il campione nel tubo più interno, e viene spiegato che i due gas devono subire il minimo rimescolamento possibile; solo gli ioni prodotti nel gas ausiliario vengono diretti, per mezzo di un opportuno campo elettrico, attraverso il flusso del campione per il trasferimento di carica; per garantire che il campione e il gas ausiliario non si mescolino, i due gas sono introdotti nel sistema in condizioni di flusso laminare, e allo scopo sono previsti lungo le linee di ingresso dei gas opportuni mezzi diffusori per eliminare le turbolenze. Viceversa, nel caso della presente invenzione il rimescolamento del gas ausiliario e del campione sono una caratteristica essenziale per l'ottenimento dei risultati desiderati. Inoltre, nel brevetto citato è detto che è possibile impiegare sia una sorgente a scarica a corona che sorgenti radioattive, ma

che queste ultime sono preferibili perché le sorgenti a scarica a corona producono, oltre a ioni, anche radicali e specie metastabili: queste specie sono indesiderabili per gli scopi del brevetto citato, in cui l'unico meccanismo di ionizzazione è il contatto fisico di ioni generati nel gas ausiliario con il campione, perché porterebbero a contributi alla ionizzazione del campione non prevedibili, e quindi all'impossibilità di fatto di condurre l'analisi. La presente invenzione invece è diretta esclusivamente all'uso di sorgenti a scarica a corona, e in questo caso la presenza di specie radicali o metastabili non rappresenta un problema, ma anzi può essere sfruttata per aumentare la sensibilità dello strumento.

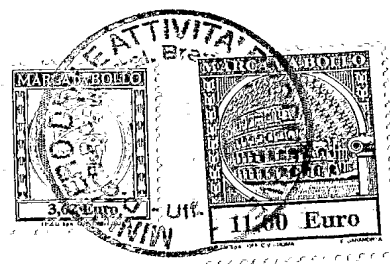
10 La figura 3 mostra in una vista in sezione una forma realizzativa preferita della sorgente a scarica a corona della presente invenzione.

La sorgente 300 in questo caso è assemblata direttamente sulla parete 301 che forma l'estremità della camera C di uno strumento IMS come quello mostrato in figura 1. Una parete più interna, costituita da una parte essenzialmente cilindrica 302 e una parte essenzialmente piana 302', forma la seconda camera, 303, della
15 sorgente; nella camera 303 è presente l'elettrodo aghiforme 304; l'elettrodo 304 è passante rispetto alla parete 301 dello strumento e collegato con l'elettronica esterna; l'elettrodo 304 è isolato elettricamente rispetto alla parete dello strumento per mezzo dell'elemento isolante 305, che può essere realizzato in materiale
20 plastico, ceramico o vetroso. In questa variante preferita il controelettrodo è costituito dalla parete che definisce la seconda camera, realizzata, almeno nella parte 302', in un materiale conduttore collegato elettricamente con l'esterno. Nella parete 301 è ricavata un'apertura di collegamento con un condotto 306, per l'ingresso del gas ausiliario nella seconda camera 303. Una parete più esterna, 307,
25 definisce, insieme alla parte 302, la prima camera 308. Un'apertura è ricavata nella

parete 301 per il collegamento con un condotto 309 per l'ingresso del gas campione nella prima camera 308. La parte 302 presenta, nella zona adiacente alla parte 302', una serie di aperture, 310, 310', per consentire il passaggio verso la prima camera del gas ausiliario e degli ioni formati in questo dalla scarica (la
5 direzione del flusso di gas ausiliario in questa zona è indicata dalle frecce curve). La zona della camera 308 circostante la aperture 310, 310', forma la regione di mescolamento, in cui gli ioni primari formati dalla scarica nella camera 303 reagiscono col campione e trasferiscono la carica alle specie presenti in questo. La camera 308 presenta un'apertura a forma di corona circolare, 311, per il
10 trasferimento del campione ionizzato nella zona RZ dello strumento IMS. Le aperture discrete, 310, 310', possono essere sostituite da una retina o un filtro, che collegano le pareti 302 e 302'.

Come detto in precedenza, secondo la presente invenzione è necessario impedire che il gas campione presente nella prima camera (201; 308) entri nella
15 seconda camera (204; 303) per garantire l'assenza di impurezze in quest'ultima; questa condizione può essere realizzata controllando i flussi del gas ausiliario (F_A) e del gas campione (F_C), le relative pressioni, e i rapporti tra le dimensioni complessive delle aperture tra le due camere (206; 310, 310') e quelle delle aperture (203; 311) verso la zona di reazione RZ dello strumento IMS. Con scelte
20 opportune di questi parametri, alla portata del tecnico del ramo, è possibile fare in modo che in corrispondenza di dette aperture tra le due camere il flusso di gas sia sempre orientato dalla seconda (204; 303) alla prima (201; 308) di dette camere.

Inoltre, con lo strumento dell'invenzione è possibile, stabilendo opportunamente i potenziali dell'elettrodo aghiforme (207; 304), del
25 controelettrodo (208; 302') e del primo elettrodo della camera di reazione (E_1) è



possibile estrarre dalla sorgente sia ioni che specie eccitate neutre (radicali e specie metastabili), oppure solo queste ultime, mettendo così a disposizione dell'operatore un ulteriore parametro di controllo dell'analisi.

Infine, l'elemento ionizzatore a scarica a corona dell'invenzione può essere
5 impiegato mantenendo costante tra gli elettrodi la differenza di potenziale oppure la corrente. Il primo caso (differenza di potenziale costante) è la modalità operativa più comune. Nel tempo però gli elettrodi possono subire alterazioni superficiali, dovute per esempio alla presenza di specie ossidanti nella seconda camera; queste specie possono essere impurezze presenti nel gas ausiliario (anche un gas ultrapuro
10 contiene sempre tracce di impurezze), oppure il gas ausiliario stesso può essere un gas ossidante o una miscela di gas di cui uno ossidante. Queste alterazioni chimiche superficiali degli elettrodi portano ad una modifica (generalmente nel senso della riduzione) della corrente operando a differenza di potenziale costante. Lavorare a corrente costante consente di annullare questo effetto di deriva nel
15 tempo.

L'invenzione verrà ulteriormente illustrata dai seguenti esempi non limitativi. Questi esempi illustrano alcune forme realizzative destinate ad insegnare agli esperti del ramo come mettere in pratica l'invenzione ed a rappresentare il modo migliore considerato per la realizzazione dell'invenzione. Lo strumento IMS
20 impiegato nelle prove ha una geometria come quella schematizzata in figura 1, con la zona di reazione (dall'elettrodo E_1 all'elettrodo di griglia E_g) di lunghezza pari a 6 cm e la zona di separazione (dall'elettrodo E_g al rivelatore D) di lunghezza pari a 8 cm. Il campo elettrico applicato nella camera C dello strumento è sempre pari a 130 V/cm. Il tempo di apertura della griglia G è di 200 microsecondi (μs) in
25 entrambe le prove. Da prove orientative preliminari si è ricavato che in queste

condizioni i tempi di volo tipici delle specie presenti nelle prove sono generalmente compresi tra 15 e 30 millisecondi (ms). L'intensità dei picchi relativi alle varie specie è riportata in volt (V); la conversione in V della corrente elettrica misurata direttamente dal rivelatore D è effettuata dall'elettronica dello strumento.

5 **ESEMPIO 1**

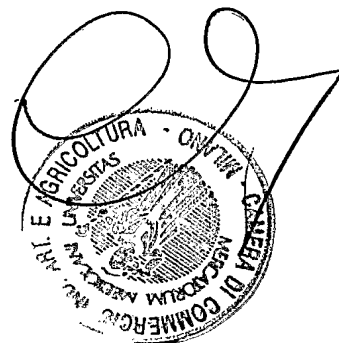
Viene effettuata un'analisi di un campione di elio (fornito dalla ditta SIAD di Bergamo) avente la seguente composizione nominale di impurezze: $1 \pm 0,1$ ppb di acqua, $1 \pm 0,1$ ppb di ossigeno, $1 \pm 0,1$ ppb di idrogeno, $1 \pm 0,1$ ppb di monossido di carbonio, $1 \pm 0,1$ ppb di biossido di carbonio e $1 \pm 0,1$ ppb di metano, usando argon
10 come gas ausiliario. Lo spettrometro IMS è equipaggiato con un elemento di ionizzazione IM a scarica a corona, del tipo illustrato in figura 3. In questo elemento, la distanza tra la punta dell'elettrodo 304 e l'elettrodo 302' è di 2,5 mm; le parti 302 e 302' sono unite da una rete, di modo che la dimensione complessiva delle aperture tra la camera 303 e la camera 308 è pari a 40 mm^2 , mentre l'apertura
15 311 ha un'area complessiva di 90 mm^2 . Il gas ausiliario viene alimentato alla camera 303 tramite l'apertura 306, ad una pressione di 1050 hPa e con un flusso di 500 cc/min; il gas campione viene alimentato alla camera 308 tramite l'apertura 309, ad una pressione di 1025 hPa e un flusso di 500 cc/min; come gas di drift si impiega argon in controflusso rispetto al moto degli ioni immesso in camera
20 dall'apertura DI con un flusso di 2000 cc/min. Tra gli elettrodi 304 e 302' viene mantenuta una differenza di potenziale pari a 1800 V, con l'elettrodo 304 a potenziale superiore. In queste condizioni vengono immessi nella prima camera 308 sia ioni Ar^+ che le specie metastabili Ar^* e fotoni; queste specie non sono in grado di ionizzare il gas di trasporto del campione, He, per cui il primo
25 trasferimento di carica avviene a carico delle molecole di argon del gas di drift, e

successivamente da queste alle impurezze presenti nel campione. Lo spettro ottenuto come risultato della prova è riportato in figura 4, come curva 1 (curva di spessore maggiore). Nel grafico in figura, ogni picco viene attribuito allo ione relativo più semplice, anche se le specie realmente presenti nello strumento sono
5 generalmente costituite da questi ioni variamente associati con molecole neutre.

ESEMPIO 2 (COMPARATIVO)

Viene ripetuta la prova dell'esempio 1, mantenendo invariate tutte le condizioni tranne che la ionizzazione del gas ausiliario viene fatta avvenire tramite l'impiego di ^{63}Ni da 10 milliCurie alloggiato nella camera 303 e non alimentando
10 gli elettrodi 304 e 302'. Lo spettro risultante è riportato in figura 4 come curva 2 (curva di spessore inferiore in figura).

Come si può notare dall'esame delle due curve in figura 4, l'impiego della sorgente di ionizzazione a scarica a corona dell'invenzione consente di replicare lo spettro ottenuto su un altro campione dello stesso gas con una sorgente tradizionale
15 a ^{63}Ni (le minime differenze tra i due spettri sono imputabili a leggere fluttuazioni della composizione in entrata nello strumento in due prove successive), e quindi effettuare le analisi multicomponente che sono già possibili con la sorgente radioattiva, ma evitando i problemi posti dall'uso di quest'ultima.

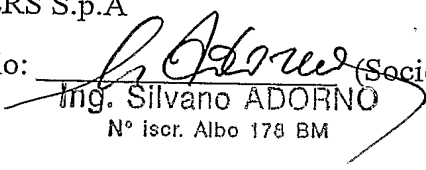


RIVENDICAZIONI

1. Spettrometro di mobilità ionica caratterizzato dal fatto di comprendere, come elemento ionizzante, una sorgente a scarica a corona (200; 300) costituita da:
 - una prima camera (201; 308) dotata di un ingresso (210; 309) per un gas da sottoporre ad analisi e di almeno una prima apertura (203; 311) di comunicazione tra lo spazio interno definito da detta prima camera e la zona di reazione di uno spettrometro IMS;
 - una seconda camera (204; 303), contenuta in detta prima camera, dotata di un ingresso (209; 306) per un gas ultrapuro o una miscela di gas ultrapuri, e di almeno una seconda apertura (206; 310, 310') di comunicazione tra dette prima e seconda camera;
 - una coppia di elettrodi (207, 208; 304, 302'), di cui almeno uno aghiforme (207; 304), disposta in detta seconda camera;dette coppia di elettrodi e seconda apertura essendo disposte in relazione geometrica tale che non esista un cammino ottico tra la zona della scarica a corona e il rivelatore di ioni dello strumento IMS.
2. Spettrometro di mobilità ionica secondo la rivendicazione 1, comprendente inoltre un circuito elettronico che consente di mantenere una differenza di potenziale costante tra detta coppia di elettrodi.
3. Spettrometro di mobilità ionica secondo la rivendicazione 1, comprendente inoltre un circuito elettronico che consente di mantenere una corrente costante tra detta coppia di elettrodi.

pp. SAES GETTERS S.p.A

Il Mandatario:


Ing. Silvano ADORNO

N° iscr. Albo 178 BM

(Società Italiana Brevetti S.p.A.)

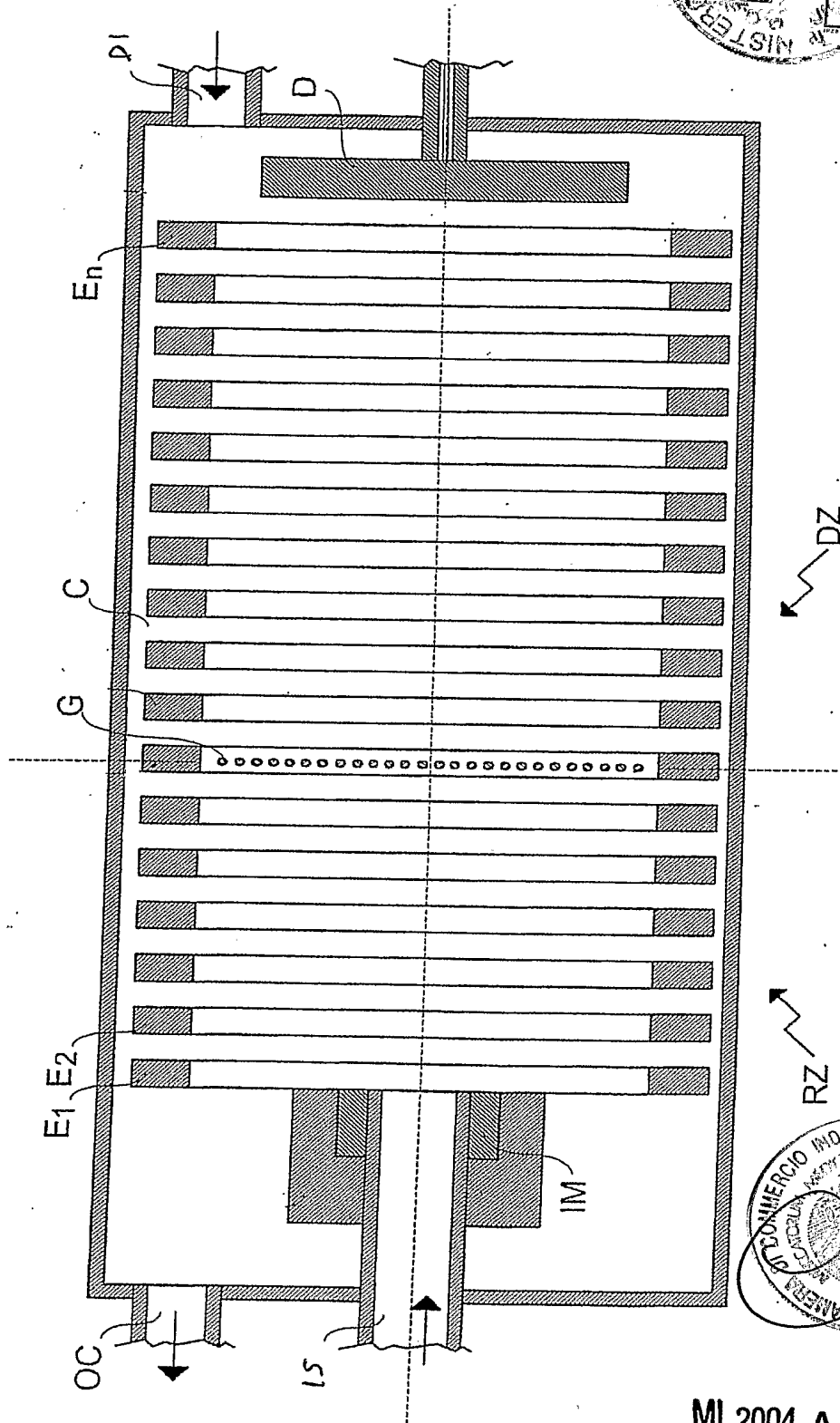
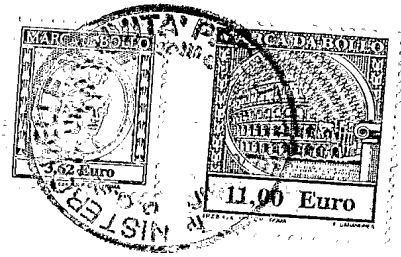
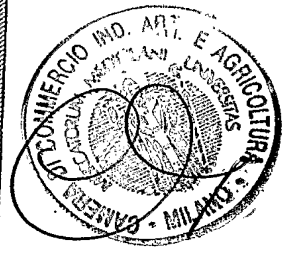


Fig. 1



MI 2004 A 001523

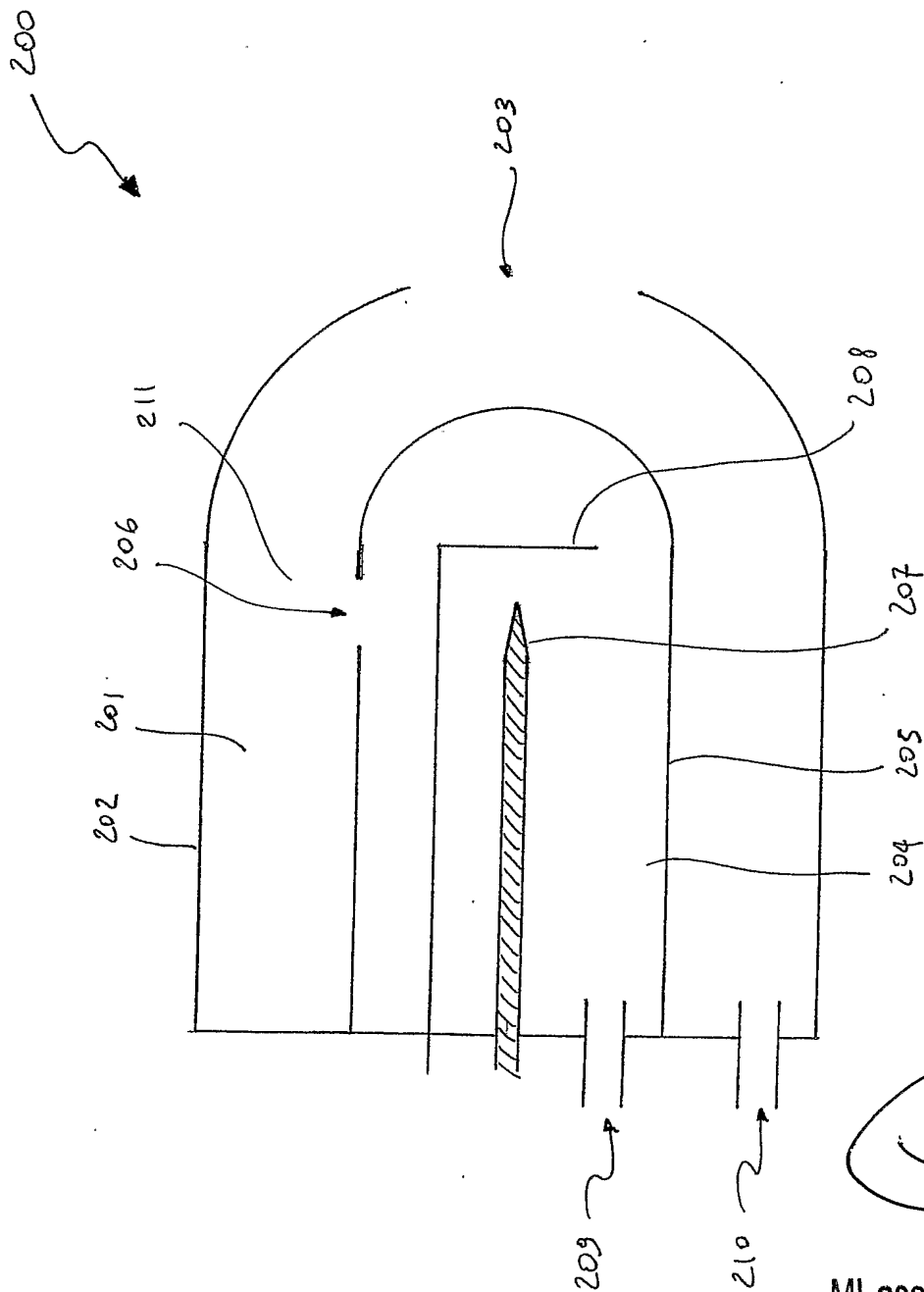
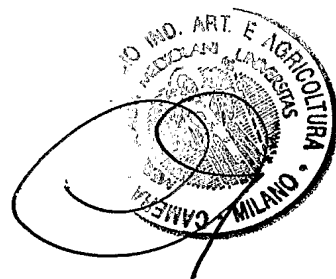


Fig. 2



MI 2004 A 001523

300

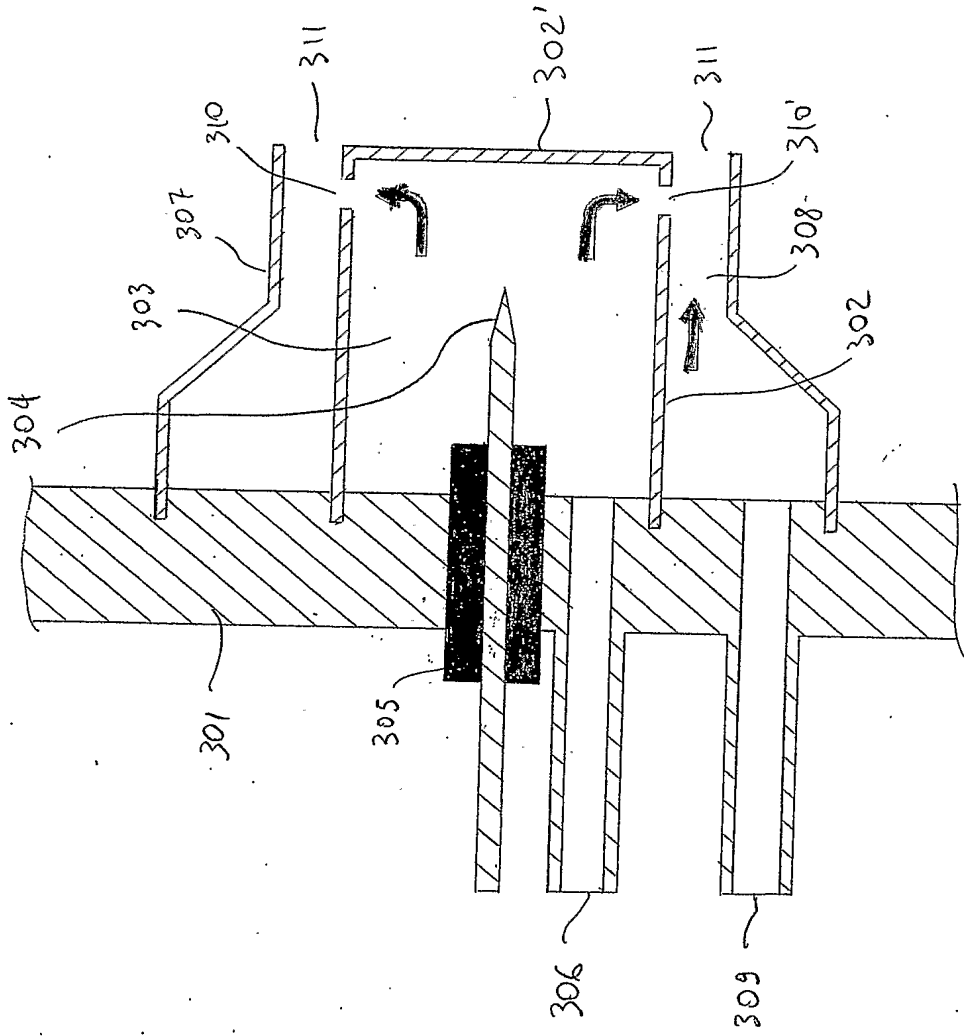
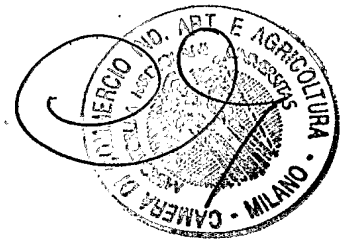


Fig. 3

MI 2004 A 001523



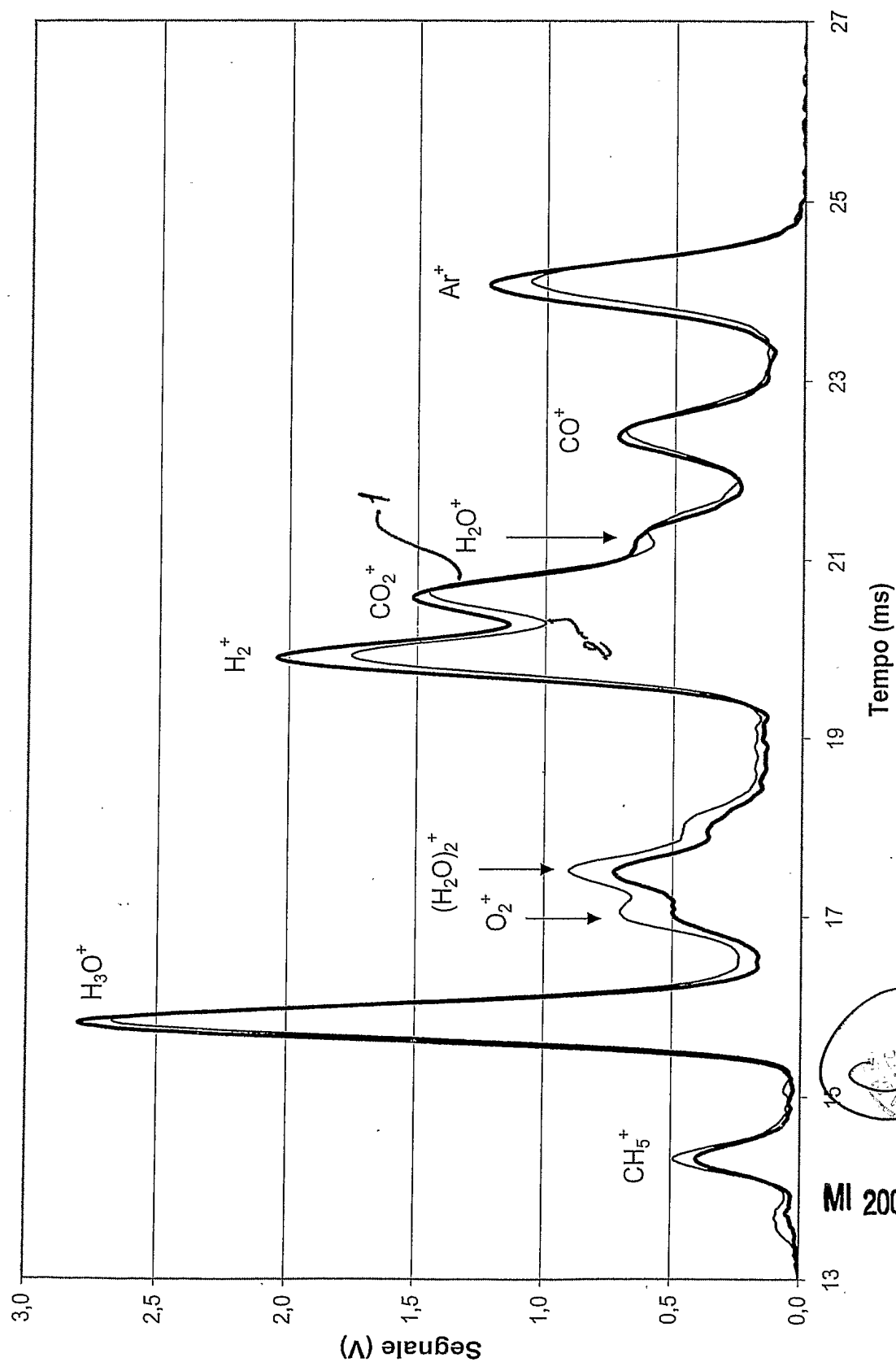
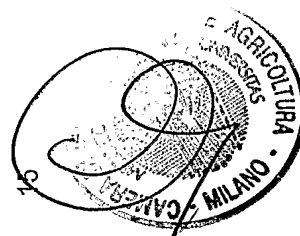


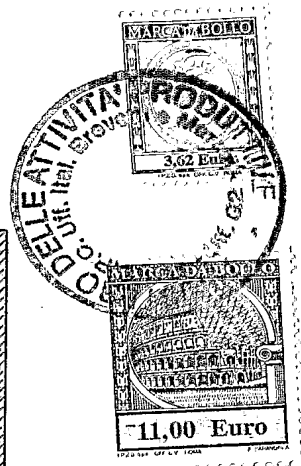
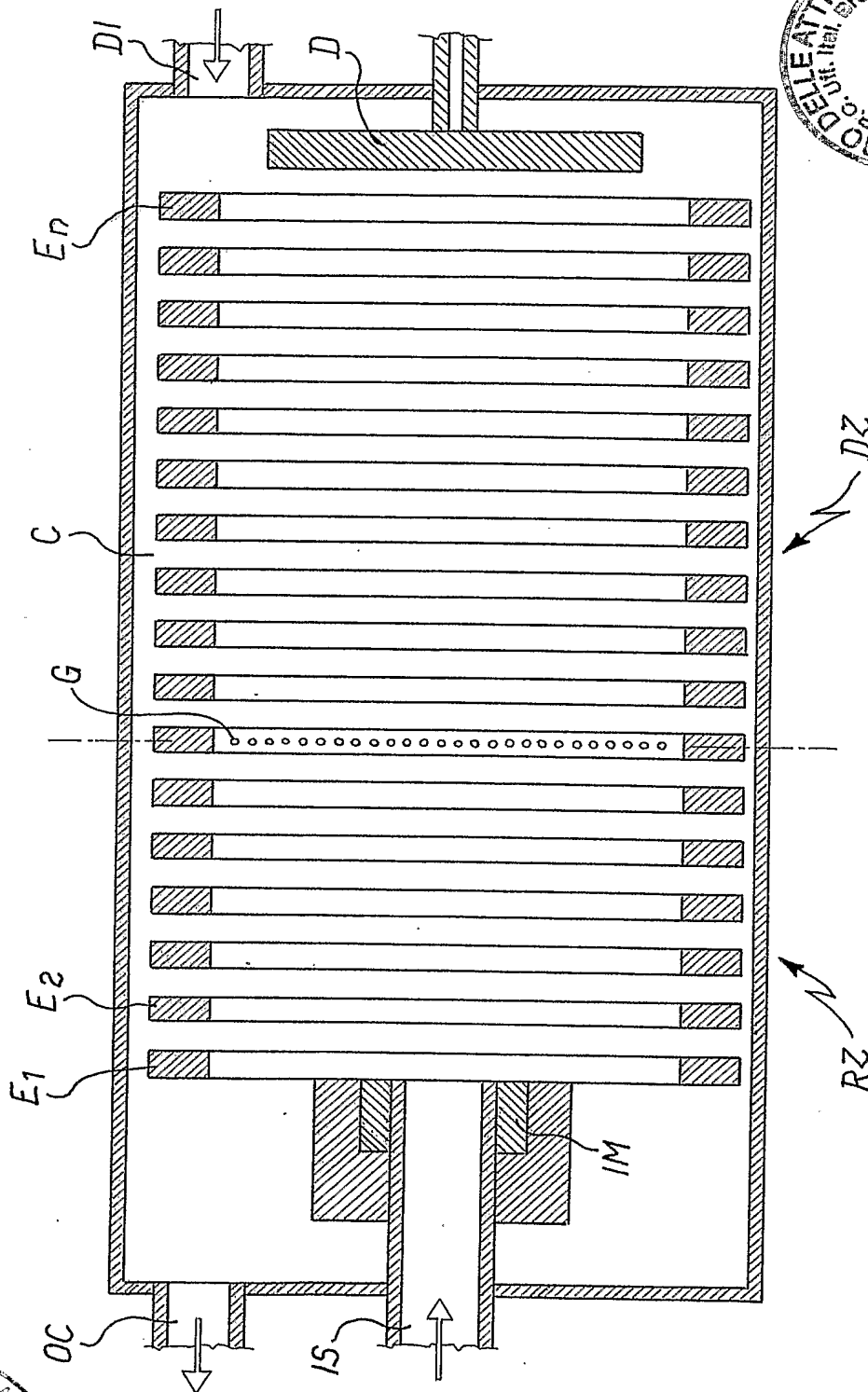
Fig. 4



MI 2004 A 001523

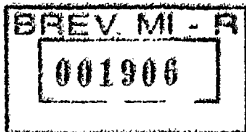
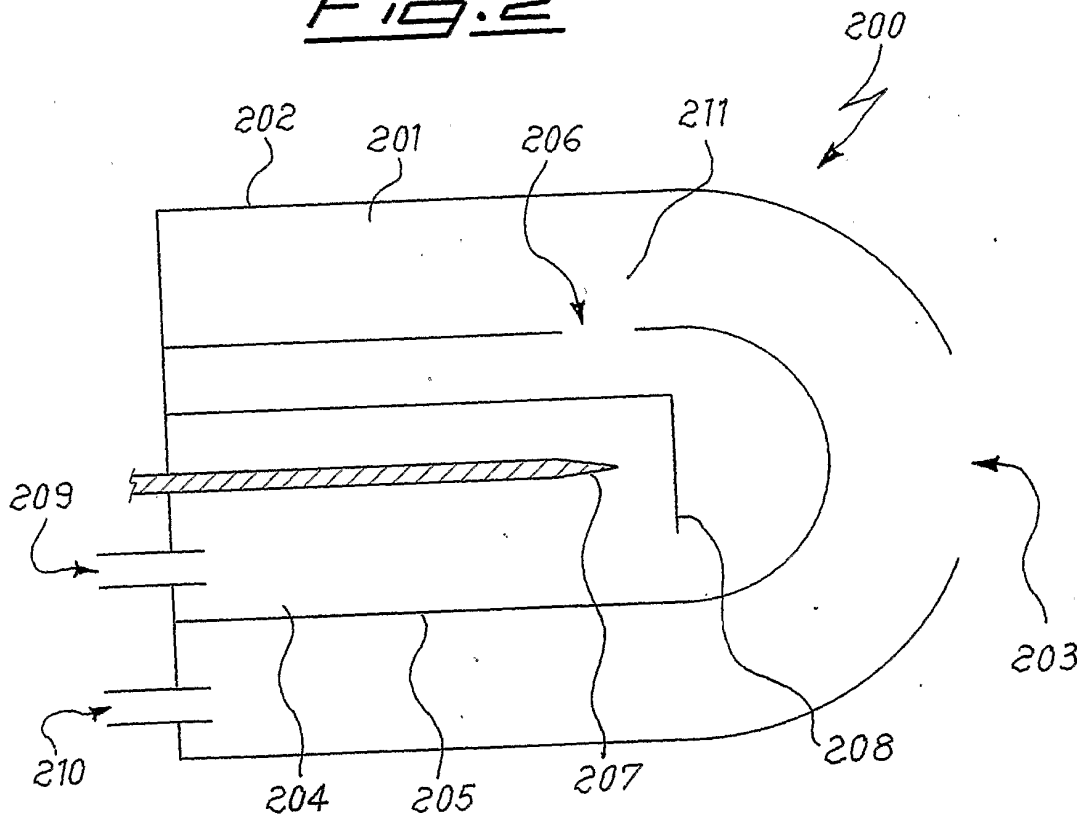
Fig. 1

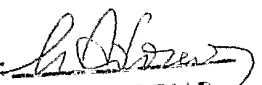
BREV. MI - R
001906



Il Mandatario: *[Signature]*
Ing. Silvano ADORNO
N° iscr. Albo 178 BM

Fig. 2



Il Mandatario 
 Ing. Silvano ARIORDI
 N° 1000, MIL 173/201

SOCIETÀ ITALIANA BREVETTI S.p.A.

BREV. MI - R
001906

Fig. 4

